

AN 1989:579257 HCAPLUS
 DN 111:179257
 TI Tantalum alloy for spinnerets
 IN Klose, Joachim; Schwarz, Klaus; Heier, Erhard; Rehtanz, Ella; Weinhold, Alexander
 PA VEB Mansfeld-Kombinat "Wilhelm Pieck", Ger. Dem. Rep.
 SO Ger. (East), 3 pp.
 CODEN: GEXXA8
 DT Patent
 LA German

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
	-----	----	-----	-----	-----
PI	DD 268004	A1	19890517	DD 1988-312033	19880104
	DD 268004	B1	19900711		
PRAI	DD 1988-312033		19880104		

AB The fine-grain alloy consists of 99.8-99.99 Ta and 0.01-0.1% Nb or 99.7-99.97 Ta, 0.01-0.1% Nb and 0.02-0.1% Mo. The amount of usual impurities is $\leq 0.1\%$. The alloy is prepared in an elec. furnace, cold formed, and recrystn. annealed at 1100° for 1 h and 1200 or 1000° for 1 or 2 h, resp. The average grain diameter of the alloy is 0.009 mm.



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) DD (11) 268 004 A1

4(51) C 22 C 27/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 22 C / 312 033 0	(22)	04.01.88	(44)	17.05.89
(71)	VEB Mansfeld Kombinat Wilhelm Pieck, Forschungsinstitut für NE-Metalle, Lessingstraße 41, Freiberg, 9200, DD				
(72)	Kloze, Joachim, Dipl.-Ing.; Schwarz, Klaus, Dr.-Ing. Dipl.-Met.; Heier, Erhard, Dr.-Ing Dipl.-Met.; Rehtanz, Ella, Dipl.-Ing., Weinhold, Alexander, DD				
(54)	Tantallegierung für Spinddüsen				

(55) Tantallegierung, Spinddüse, Niob, Molybdän, Tantal, Rekristallisationstextur, Gefüge, Korndurchmesser, Düsenloch, Hartmetallstechnadel

(57) Die Erfindung ist eine Tantallegierung für Spinddüsen in der Chemiefaserindustrie. Die Legierung besteht aus 99,8–99,99 w_g in % Tantal und 0,01–0,1 w_g in % Niob oder aus 99,7–99,97 w_g in % Tantal und 0,01–0,1 w_g in % Niob und 0,02–0,1 w_g in % Molybdän; der Gehalt an üblichen Verunreinigungen darf 0,1 w_g in % nicht überschreiten. Durch den Zusatz der Legierungsmetalle in den angegebenen Gehalten wird bei der Verarbeitung dieser Legierung zu Blech mit bekannten Verfahren eine Rekristallisationstextur mit einem erhöhten Anteil an Kristalliten erreicht, deren Flächen mit der kristallographischen ~~(100)~~ Orientierung parallel zur Walzebene angeordnet sind, sowie ein gleichmäßiges feinkörniges Gefüge, welches einen mittleren Korndurchmesser von 0,008–0,002 mm aufweist. Dieses Blech zeichnet sich durch eine besonders gute Bearbeitbarkeit aus. Beim Stechen der Düsenlöcher in den Spinddüsen werden hohe Standzeiten der Hartmetallstechnadel erreicht.

Patentanspruch:

Tantallegierung für Spinnndüsen mit kornfeinem Legierungsanteil, gekennzeichnet dadurch, daß die Legierung aus 99,8–99,99 w_B in % Tantal und 0,01–0,1 w_B in % Niob oder aus 99,7–99,97 w_B in % Tantal und 0,01–0,1 w_B in % Niob und 0,02–0,1 w_B in % Molybdän besteht und der Gehalt an üblichen Verunreinigungen 0,1 w_B in % nicht überschreitet.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine schmelzmetallurgisch hergestellte Tantallegierung, die für Spinnndüsen in der Chemiefaserindustrie verwendet werden kann.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

In der Chemiefaserindustrie werden im großen Umfang Spinnndüsen aus Tantal eingesetzt. Diese Spinnndüsen sind tiefgezogene Nippchen, die zunächst aus einem schmelzmetallurgisch hergestellten Halbzeug hergestellt und anschließend mit einer großen Anzahl von Feinbohrungen mit einem Durchmesser von 60–100 μm durch Stechen versehen werden. Es ist bekannt, daß die Stechbarkeit des Tantals beeinflußt wird durch die Reinheit des Metalls, durch seine Härte, durch Ausscheidungen an den Korngrenzen und durch die Korngröße.

Auf die Reinheit des Metalls wird bekanntermaßen durch das Schmelzen im Elektronenstrahl-Ofen Einfluß genommen. Dabei werden jedoch Korngrößen von bis zu wenigen Millimetern erzeugt. Es hat daher Versuche gegeben, auf schmelzmetallurgischem Wege hergestelltes Tantal zu einem Blech von 0,4–0,5 mm Dicke mit ausgeprägtem Feinkorn zu verarbeiten. Gemäß DD-WP 142120 wird dazu der aus Tantal-Sekundärmetall im Elektronenstrahl-Ofen erschmolzene Tantalblock zu einem Würfel gestaucht und nach einer 90°-Drehung zu einer Platine gepreßt, die dann anschließend durch Kaltverformung mit zwischengeschalteten Hoch-Vakuumglühungen zum Blech ausgewalzt wird. Erreicht werden mit diesem Verfahren Korngrößen mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,04–0,03 mm. Beim Stechen von aus diesem Tantalblech gefertigten Spinnndüsen zeigen die dafür verwendeten Hartmetallstechnadeln eine geringe Standzeit.

Es können mit einer Nadel durchschnittlich nur 2000 bis 4000 Düsenlöcher gestochen werden.

Eine andere Möglichkeit zur Verringerung der Korngröße besteht in der Zugabe von Legierungszusätzen. Das Rekristallisationsverhalten von Substitutionslegierungen auf Tantal-Basis ist von GYPEN und DERUYTTERE untersucht worden (Z. Metallkunde 72 (1981) 8, S. 530–533). Unter anderem ist der Einfluß von Molybdän und Niob auf das anomale Kristallwachstum, das in reinem elektronenstrahlgeschmolzenem Tantal leicht auftritt, untersucht worden. Durch das Zulegieren von Molybdän in Gehalten zwischen 0,32 und 0,7 w_B in % werden bei den technisch üblichen Glühtemperaturen von 1000°C bis 1200°C Korngrößen mit einem mittleren Korndurchmesser von 0,08 bis 0,09 mm erreicht. Mit Niob als Legierungselement in Gehalten von 2,0 und 4,2 w_B in % bildet sich ein mittlerer Korndurchmesser von 0,08 mm aus. Auch mit den Korngrößen, die durch das Zulegieren von Molybdän oder Niob in den angegebenen Gehalten eingestellt werden können, wird keine Erhöhung des Standzeitverhaltens der Stechnadeln beim Stechen der Spinnndüsen erreicht.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, eine Tantallegierung mit einer guten Stechbarkeit bereitzustellen, mit der die Standzeit der Hartmetallstechnadeln beim Stechen von Spinnndüsen erhöht wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Tantallegierung bereitzustellen, die ein besonders feinkörniges Gefüge hat und sich demzufolge besonders für das Stechen mit Hartmetallstechnadeln eignet.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Legierung aus 99,8–99,99 w_B in % Tantal und 0,01–0,1 w_B in % Niob oder aus 99,7–99,97 w_B in % Tantal und 0,01–0,1 w_B in % Niob und 0,02–0,1 w_B in % Molybdän besteht. Bei der Verarbeitung dieser Legierung zu Blech von 0,23 bis 0,5 mm Dicke nach bekannten Verfahren zur Herstellung von Tantalblech zeigt die erfindungsgemäße Legierung eine besondere Rekristallisationstextur in Verbindung mit einem gleichmäßig feinförmigen Gefüge. Es wird ein mittlerer Korndurchmesser von 0,008–0,02 mm erreicht. Die besondere Rekristallisationstextur ist durch einen erhöhten Anteil an Kristalliten gekennzeichnet, deren Flächen mit der kristallographischen (100)-Orientierung parallel zur Walzebene angeordnet sind.

Bei Verwendung der erfindungsgemäßen Legierung für Spinnndüsen werden im Vergleich zu reinem Tantal beim Stechen der Düsenlöcher wesentlich höhere Standzeiten der Hartmetallstechnadeln erzielt, die bei 6000 bis 8000 Düsenlöchern/Nadel liegen. Dieser Befund kann mit den bekannten Gesetzmäßigkeiten der Verformung von kubisch-raumzentrierten Metallen nicht erklärt werden. In den Metallen mit einem kubisch-raumzentrierten Gitter (z. B. α -Fe, Mo, Nb, Ta, W) erfolgt die Verformung bevorzugt in den (110)-Gleitebenen in den (111)-Richtungen (siehe bei SCHULZE, G. E. R., Metallphysik, Akademie-Verlag, Berlin 1974, S. 221 und SCHATZ, W., Einführung in die Werkstoffwissenschaft, VEB Deutscher Verlag für die Grundstoffindustrie, Leipzig 1984, S. 337).

upset
forging

↓

Eine bevorzugte Verformung senkrecht zu (100)-Flächen ist nicht zu erwarten. Die vorteilhafte Wirkung der Zusätze von Niob und Molybdän in den angegebenen Gehalten besteht in der Veränderung der Textur, der bedeutenden Verminderung der Kristallitgröße und einer veränderten Zusammensetzung an den Kristallitgrenzen ohne eine merkliche Zunahme der Härte und Verminderung der Duktilität (Bruchdehnung). Dadurch verbessert sich die Stechbarkeit des Werkstoffs durch eine geringere Kaltschweißneigung zwischen der Tantallegierung und der Hartmetallstechnadel. Zusätzlich wird infolge der geringeren Kristallitgröße die Gefahr des Auftretens für die Stechnadelspitze schädlicher Biegebeanspruchungen vermindert. Alles das führt zur Erhöhung der Standzeit der Stechnadeln.

Ausführungsbeispiel

Im Elektronenstrahl-Ofen wurde unter Einsatz von Tantal-Sekundärmetall und Niob-Draht eine Tantallegierung mit einem Gehalt von 0,055 w% Niob erschmolzen. Der Gußblock wurde nach einer Oberflächenbearbeitung durch Abdrehen kalt verformt. Diese Kaltverformung erfolgte auf einer Freiformschmiedepresse, wobei der Gußblock zu einem Würfel gestaucht und nach einer 90°-Drehung zu einer Platine gepreßt wurde. Der Block wurde während des Umformvorgangs durch Kühlen auf Raumtemperatur gehalten. Die Platine wurde nach einer weiteren Oberflächenbearbeitung zu 3 mm dicken Band ausgewalzt. Nach der Kaltverformung von insgesamt 98,5% erfolgte eine Rekristallisationsglühung im Hochvakuum bei 1100°C/1 h. Nach dem Walzen an Enddicke erfolgte eine abschließende Hochvakuumglühung bei 1200°C/1 h oder 1000°C/2 h. Eine röntgenographische Texturanalyse ergab einen im Vergleich zu reinem Tantal erhöhten Anteil der Texturkomponente (100) [110].

Es wurde ein mittlerer Korndurchmesser von 0,009 mm erreicht. Die aus dieser Legierung gefertigten Spinnröhren zeichnen sich durch besonders gute Bearbeitungseigenschaften aus. Mit einer Hartmetallstechnadel war die Herstellung von 6530 Düsenlöchern in einer Spinnröhre möglich.